

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

51

Int. Cl.:

D 06 m

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 8 k - 1/08

10

11

Offenlegungsschrift 1469 452

21

Aktenzeichen: P 14 69 452.1 (P 35490)

22

Anmeldetag: 12. November 1964

43

Offenlegungstag: 19. Dezember 1968

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: 12. November 1963 2. September 1964

33

Land: V. St. v. Amerika

31

Aktenzeichen: 323051 394041

54

Bezeichnung: Kunstfaden

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: E. I. du Pont des Nemours and Company, Wilmington, Del. (V. St. A.)

Vertreter: Abitz, Dr.-Ing. Walter; Morf, Dr. Dieter; Patentanwälte,
8000 München

72

Als Erfinder benannt: Chandler, Carrol Fréd, Waynesboro, Va. (V. St. A.)

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): 27. 2. 1968

ORIGINAL INSPECTED

12.68 809 813 1169

13 110

1469 452

DR.-ING. WALTER ABITZ
DR. DIETER MORF
Patentanwälte

8 Münch n 27, Pienzenäuerstraße 28/1 UU
Telefon 483225 und 486415
Telegramme: Chemindus München

3. Mai 1953

L-84/R (P 35 490)

1469452

P 14 69 452. 1
Neue Unterlagen

E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY
10th and Market Streets, Wilmington, Del. 19898, V. St. A.

Kunstfaden

Die Erfindung betrifft geschmälzte elastische Gebilde, insbesondere Fäden aus synthetischen, segmentierten, elastomeren Mischpolymerisaten, auf denen sich eine Polyamylsiloxan enthaltende Schmälz- oder Gleitmittelpräparation befindet.

Elastische Fäden aus Gummi oder einem segmentierten Elastomeren, z. B. des Spandex-Typs, erfordern bekanntlich im allgemeinen eine Schmälzpräparation. Solche elastischen Fäden neigen stärker als verhältnismässig unelastische Fäden zu einem Aneinanderhängen benachbarter Fäden in einem Garn und zum

- 1 -

BAD ORIGINAL

809813/1168

0000 / 0000

L-84/R

"Kleben" des Fadens an anderen Flächen, woraus sich erratiche Laufspannungen ergeben. Das klassische Schmiermittel für Gummifäden ist der Talk, der auch zum Schmelzen von Spandexfäden verwendet werden kann, aber als Schmiermittel viele Nachteile hat. Der Talk ist im Hinblick auf Sauberkeit wie auch bezüglich einer Staubgefahr problematisch, da in dem Bereich, in dem die Ausrüstung und Verarbeitung des Fadenmaterials erfolgt, eine Verstreuung des Talks eintritt. Darüber hinaus ergeben talküberzogene Fäden sowohl bei den Spinnmaschinen als auch den Behandlungsvorrichtungen schwerwiegende Abriebsprobleme.

Als lohnende Austauschstoffe für Talk zwecks Beseitigung dieser Nachteile sollten sich Öle anbieten. Man hat jedoch allgemein erkannt, dass Öle auf Grund ihrer nachteiligen Einwirkung auf die physikalischen Eigenschaften zur Schmierung von Gummifäden nicht verwendbar sind. Eine Lösung des sich bei der Verwendung von Ölen bei Spandexfäden ergebenden Problems steht mit der USA-Patentschrift 3 039 895 zur Verfügung, nach der ein Textilöl, wie Mineralöl, als Präparation für Fäden aus synthetischen, segmentierten, elastomeren Mischpolymerisaten verwendbar ist, wenn man in ihm feine Teilchen bestimmter Metallseifen dispergiert. Dies stellt auf dem Gebiete der Präparation von Fäden des Spandex-Typs einen erheblichen Fortschritt dar, aber auf Grund des notwendigen Vorliegens

L-84/R

der feinen Seifenteilchen in den Präparationen nach der vor-
genannten Patentschrift sind doch noch Verbesserungen er-
wünscht, insbesondere im Hinblick auf eine Neigung der dis-
pergierten Feststoffteilchen, sich in den Präparationströgen
abzusetzen, und eine Ansammlung von Ablagerungen in Fadenfüh-
rungen und Nadeln von Wirkmaschinen und anderen Vorrichtungen,
auf denen die elastischen Fäden verarbeitet werden. Bekannte
flüssige Präparationen für Spandexfäden haben auch die Nach-
teile, zu einer Begünstigung der Verfärbung der Fäden zu
neigen, im Hinblick auf einen antistatischen Schutz viel zu
wünschen übrig zu lassen oder einen störenden Geruch aufzu-
weisen.

Die vorliegende Erfindung stellt elastische Fäden mit einer
Schmälzpräparation zur Verfügung, die sich ohne Schwierig-
keiten verarbeiten lassen, insbesondere einer stabilen
Präparation, die keinerlei teilchenförmiges Feststoffmaterial
zu enthalten braucht und dennoch angemessene Reibungseigen-
schaften auf den Fäden ergibt. Die elastischen Fäden gemäss
der Erfindung weisen eine Gleitpräparation auf, die sich (1)
auf den Fäden in geringeren Mengen als bisher notwendig ver-
wenden lässt, (2) die Fäden plastifiziert und (3) einen anti-
statischen Schutz ergibt, ohne eine Entfärbung zu fördern.
Weitere Vorteile und Zweckangaben ergeben sich aus der folgen-
den Beschreibung.

BAD ORIGINAL

809813/1169

L-84/R

Gegenstand der Erfindung ist ein Kunstfaden aus einem synthetischen, segmentierten, elastomeren Mischpolymerisat, der mit einer organischen Siliciumverbindung als Schmelz- und Gleitmittel versehen ist, bei dem das Schmelz- und Gleitmittel ein Gemisch aus einem kleineren Anteil eines Polyamylsiloxans mit einer Viscosität von etwa 8000 bis 20 000 cSt, bestimmt bei 25 °C, und einem grösseren Anteil eines Polydimethylsiloxans mit einer Viscosität von etwa 5 bis 100 cSt, bestimmt bei 25 °C, enthält, und das Polyamylsiloxan in einer Menge von mindestens 0,025 % des Fadengewichts vorliegt. Es hat sich gezeigt, dass überraschenderweise das Polyamylsiloxan bei Verwendung in Verbindung mit dem Polyamylsiloxan nicht nur eine überlegene Gleitfähigkeit des elastischen Fadens ergibt, ohne dass man in der Präparation Feststoffteilchen zu dispergieren braucht, sondern auch ein wesentlicher Grad an antistatischem Schutz erhalten wird. Es hat sich weiter gezeigt, dass das Polyamylsiloxan auf den Faden eine günstige, plastifizierende bzw. weichmachende Wirkung ausübt und den Faden schmiegsamer und auf diese Weise leichter verarbeitbar macht. Die hier gemachte Angabe, dass das Polyamylsiloxan auf dem elastischen Faden vorliegt, ist nicht darauf beschränkt, dass die Gesamtmenge des Bestandteils auf der Fadenoberfläche vorliegt, sondern das Polyamylsiloxan kann auch zum Teil absorbiert sein.

BAD ORIGINAL.

809813/1469

L-84/R

Das Polyamylsiloxan, das in Kombination mit dem Polydimethylsiloxan die Vorteile gemäss der Erfindung ergibt, ist ein flüssiges, trifunktionelles Polyamylsiloxan mit einzigartigen Eigenschaften. Es wird durch Hydrolyse und Kondensation von n-Amyltrichlorsilan erhalten, das seinerseits gemäss USA-Patentschrift 2 632 013 durch Umsetzung von Trichlorsilan und Penten-1 erhalten werden kann. Die Hydrolyse des Amyltrichlorsilans wird in einem von Isopropyläther und Wasser gebildeten Medium durchgeführt. Man wäscht mehrmals und neutralisiert das Hydrolysat durch Rückflussbehandlung mit einem Gemisch von Natriumbicarbonat und Wasser, entfernt den Äther und das Wasser, löst das Hydrolyseprodukt in Toluol und unterwirft es einer Rückflussbehandlung mit Natriumhydroxyd, um eine weitere Kondensations-Gleichgewichtsumsetzung zu bewirken, bei der restliches Wasser als Azeotrop mit Toluol entfernt wird. Das Produkt wird dann filtriert, wobei man eine Flüssigkeit mit einer Viscosität im Bereich von 8000 bis 20 000 cSt erhält. Ein Polyamylsiloxan mit einer Viscosität im Bereich von 13 000 bis 17 000 cSt wird erfindungsgemäss bevorzugt.

Das in der obigen Weise erhaltene, trifunktionelle Polyamylsiloxan unterscheidet sich von den herkömmlichen, trifunktionellen Siloxanharzen recht stark dadurch, dass auf eine Verringerung von Restchlorid und -hydroxyl auf ein Minimum abgestellt wird. Die herkömmlichen, trifunktionellen Siloxanharz-Systeme werden

L-84/R

bekanntlich im allgemeinen mit dem ausdrücklichen Ziel hergestellt, zur Sicherung einer richtigen Härtung einen genügenden Hydroxyl- und bzw. oder Alkoxygehalt zu erzielen. Darüber hinaus enthalten die herkömmlichen Harzsysteme bifunktionelle Einheiten, um Verbesserungen der Eigenschaften zu erhalten und niederviscose Eigenschaften sicherzustellen. Der Grund, aus dem das Polyamylsiloxanharz sich in seinem Verhalten von eng verwandten Stoffen so stark unterscheidet, ist nicht völlig klar. Eine mögliche Erklärung für sein Verhalten kann sein, dass das Siloxanpolymerisat anstatt in stark vernetzter Form in Form von cyclischen Ketten erhalten wird. Eine hervorragende Eigenschaft des Polyamylsiloxans ist seine Verträglichkeit mit herkömmlichen Dimethylsiliconen und mit Mineralöl.

Die Polydimethylsiloxane, die zur Gewinnung der erfindungsgemäss eingesetzten Präparationen mit den Polyamylsiloxanen vereinigt werden, sind vertraute Siliconöle. Die Polydimethylsiloxane mit Viscositäten von etwa 5 bis 100 cSt bei 25° C stellen Lösungsmittel für die Polyamylsiloxane dar, wobei beide bei 25° C ein homogenes Gemisch bilden. Man kann mit Mischungen jeder Komponente arbeiten.

Die segmentierten Mischpolymerisate, aus denen die elastischen Fäden gemäss der Erfindung erhältlich sind, bestehen aus Segmenten eines hochschmelzenden, kristallinen Polymerisates, die

L-84/R

mit Segmenten eines niedrigschmelzenden, amorphen Polymerisates abwechseln. Das kristalline, hochschmelzende Segment kann z. B. auf einen Polyharnstoff, ein Polyurethan, ein Polyamid, ein Bis-ureylen-Polymerisat oder einen Polyester zurückgehen, und das niedrigschmelzende, amorphe Segment z. B. auf einen Polyester, einen Polyäther oder ein Kohlenwasserstoffpolymerisat. Der Erläuterung eines solchen segmentierten Mischpolymerisates dienen die Polymerisate des Spandex-Typs. Die segmentierten Mischpolymerisate können eine lineare oder eine vernetzte Struktur aufweisen.

Für die praktische Durchführung der Erfindung eignen sich die in verschiedenen Patentschriften, unter anderem den USA-Patentschriften 2 929 801, 2 929 802, 2 929 803, 2 929 804, 2 957 852, 2 962 470, 3 009 901, 3 023 192, 3 037 960, 3 040 003, 3 044 987, 3 044 989, 3 044 990, 3 071 557 und 3 097 192, beschriebenen segmentierten Mischpolymerisate. Wie in diesen Literaturstellen beschrieben, ergeben solche segmentierten Mischpolymerisate in Fadenform Bruchdehnungen über 200 %, eine elastische Erholung (oder Erholung von Zugbeanspruchung) von etwa 90 % und einen Spannungsverfall (unter dauerndem Zug) von unter etwa 20 %. Die Begriffe der elastischen Erholung (Elastic Recovery) und des Spannungsverfalls unter dauerndem Zug (Stress Decay) sind in der USA-Patentschrift 2 957 852 definiert.

L-84/R

Die Aufbringung der Präparationen gemäss der Erfindung auf die Fäden aus den segmentierten Elastomeren kann in herkömmlicher Weise erfolgen. Im allgemeinen benötigt man zur Erzielung vorteilhafter antistatischer Eigenschaften eine solche Präparationsmenge, dass mindestens etwa 0,025 % des Polyamylsiloxans, bezogen auf das Gewicht des unbehandelten elastischen Fadens, vorliegen. Eine absolute Mindestmenge des Polyamylsiloxans für alle Fälle lässt sich jedoch nicht angeben. Naturgemäss ist es erwünscht, dass die statische Ladung beim Fadenlauf minimal ist. Bei den üblichen Spandex-Fäden ist ein Höchstwert der statischen Ladung von ± 1000 V, bestimmt bei einer Fadengeschwindigkeit von 18,3 m/Min. in der später beschriebenen Weise, akzeptabel.

Eine entscheidende Grenze für die Polyamylsiloxanmenge nach oben liegt nicht vor, aber im allgemeinen sind Mengen über etwa 2 % unnötig. Praktische Erwägungen im Hinblick auf die Viscosität und eine leichte Aufbringung bestimmen auch die Menge der verschiedenen Komponenten in der Präparation. Der Fachmann kann die Anteile leicht so wählen, dass er den benötigten Prozentsatz an Polyamylsiloxan auf den Fäden erhält. Für allgemeine Zwecke ergibt sich als praktische obere Grenze eine Viscosität der Präparation von etwa 100 cSt bei 25° C. Diese Höchstviscosität wird mit einem Gemisch von etwa 50 % Polyamylsiloxan mit einer Viscosität von etwa 8000 bis 20 000 cSt und 50 % Polydimethylsiloxan mit einer Viscosität von 20 cSt erhalten.

BAD ORIGINAL

L-84/R

Die auf die Fäden aufzubringende Gesamtmenge an Präparation ist nicht entscheidend, und eine Begrenzung ergibt sich aus praktischen Erwägungen. Da sehr grosse Mengen, wie 12 %, zu einem Abtropfen der Präparation von den Fäden führen können, sollen in den meisten Fällen geringere Mengen Verwendung finden.

Die Präparation kann auf die elastischen Fäden nach den üblichen Methoden, wie durch Tauchen, Klotzen oder Sprühen, aufgebracht werden. Man kann laufende Fäden behandeln, z. B. besprühen oder durch Bäder oder über Dochte oder ähnliche Vorrichtungen, von denen sie die Präparation aufnehmen, führen. Eine bequeme Aufbringung besteht darin, die Fäden über eine Walze zu führen, die in einen die Präparation enthaltenden Trog eintaucht. Wenn die Präparation kontinuierlich auf Spandex-Fäden beim Erspinnen aufgebracht wird, ordnet man die Trog-Walzen-Anordnung vorzugsweise unmittelbar nach der ersten angetriebenen Zuführwalze an, mit der die Spandex-Fäden nach dem Verlassen der Spinndüse in Berührung kommen.

Der Zusatz einer Polyamylsiloxan enthaltenden Präparation zur Spinnlösung, d. h. das gleichzeitige Verspinnen beider, ergibt eine bequeme und vorteilhafte Aufbringung. Man gibt die Präparationsbestandteile in die Spinnlösung ein und presst sie zugleich mit den fadenbildenden Stoffen aus. Besonders

L-84/R

vorteilhaft ist diese Arbeitsweise beim Erspinnen von feintitrigen, elastischen Fäden, z. B. Spandex von 20 den. Diese Arbeitsweise erfordert keine Auftragwalze und erlaubt eine geringere Spinnspannung, was bei der Erzeugung von feinen Titern besonders wichtig ist.

Die wesentlichen Bestandteile der Präparation gemäss der Erfindung sind das Polyamylsiloxan und das Polydimethylsiloxan, aber man kann auch andere Bestandteile zusetzen, ohne eine schädliche Auswirkung auf die mit den wesentlichen Bestandteilen erhaltenen Gleiteigenschaften und antistatischen Eigenschaften zu erhalten. So kann man z. B. kleinere Mengen an anderen Siliconölen, Mineralöl, Butylstearat, Methylricinoleat, Butylacetylricinoleat, öllöslichen Polyätherglykolen und Alkylphenoläthern zusetzen. Isopropylalkohol und Trichloräthylen sind ebenfalls mit dem Polyamylsiloxan verträglich und können mit ihm Verwendung finden. Besondere Plastifizierungsmittel für Spandex-Fäden können Verwendung finden, sind aber im allgemeinen beim Arbeiten mit der Präparation gemäss der Erfindung auf Grund der günstigen plastifizierenden Wirkung des Polyamylsiloxans nicht erforderlich. Zu solchen Plastifizierungsmitteln gehören Äthylenoxyd-Pettsäure-Addukte, z. B. ein Polyäthylenoxydestер der Stearinsäure. In einigen Fällen kann man Metallseifen, wie die in der USA-Patentschrift 3 039 895 genannt n S if n, z. B.

L-84/R

Zinkstearat und Magnesiumstearat, in kleinen Mengen, d. h. von weniger als etwa 2 Gew.%, zusetzen. Jedoch kann man auf Mineralöl und dispergierte Feststoffe, wie die vorgenannten, beim Arbeiten mit der Präparation gemäss der Erfindung vollständig verzichten. Der Wegfall dieses Materials ergibt offensichtliche Vorteile in Bezug auf Sauberkeit und Sicherheit.

Der Wegfall des Mineralöls aus den Präparationen gemäss der Erfindung für Spandex und der Wegfall der Notwendigkeit, mit dispergierten Feststoffen, wie Magnesiumstearat gemäss USA-Patentschrift 3 039 895, zu arbeiten, beim Arbeiten mit den Präparationen gemäss der Erfindung führen zu offensichtlichen Vorteilen in Bezug auf Sauberkeit und Sicherheit.

Die geschmälzten, elastischen Fäden gemäss der Erfindung eignen sich für eine Vielfalt von Produkten im umsponnenen wie auch nicht umsponnenen Zustand. Die Endlosfäden eignen sich besonders für Miederwaren, Gürtel, Korsetts, Strumpfwaren für medizinische und orthopädische Zwecke, gewebte oder gewirkte Schwimmbekleidung, Socken und Sockenränder. Die Stapelmischungen eignen sich für eine Vielfalt von elastischen Produkten oder Stretch-Produkten, einschliesslich Geweben, Gewirken und Nonwoven Fabrics für den Einsatz bei Bekleidungsstücken mit universalem Passitz, formfreudigen Polster- bzw. Bezugsmaterial, Gummistrümpfen und Bändern

BAD ORIGINAL

L-84/R

für Schienungszwecke. Die Erfindung gestattet es ferner, bei Strumpfwaren und Power Nets eine verringerte Streifigkeit zu erzielen.

Die folgenden Beispiele, in denen sich Teil- und Prozentangaben, wenn nicht anders angegeben, auf das Gewicht beziehen, dienen der weiteren Erläuterung der Erfindung, ohne dass die Erfindung auf sie beschränkt ist. In den Beispielen 3, 4 und 5 wird das Entstehen statischer Aufladungen der Fadengutproben mit einem Spannungsmesser der Bauart "Keithley Electrostatic Voltmeter" bestimmt, indem man die Ladung misst, die sich auf einem Cr_2O_3 -Stab mit matter Oberfläche ansammelt, wenn die Probe auf einem Winkel von 70° bei einer Belastung von 10 g und bei einer relativen Feuchte von 60 bis 62 % und einer Temperatur von 22 bis 23°C über den Stab geführt wird. Von Beispiel 3 abgesehen, wird das Fadengut mit einer Geschwindigkeit von 18,3 m/Min. über den Stab geführt.

Wie die folgenden Beispiele zeigen, werden die physikalischen Eigenschaften des elastomeren Fadengutes durch das Vorliegen des Polyamylsiloxans in der Präparation nicht nachteilig beeinflusst. Wenn man die Festigkeit, die Dehnung, den Modul, den Spannungsverfall unter dauerndem Zug und die Elastizitäts- oder Zugerholung misst, werden im wesentlichen die gleichen Werte wie bei dem gleichen elastischen Faden, der keine Präparation aufweist, erhalten. Im wesentlichen entsprechende Er-

L-84/R

gebnisse werden erhalten, wenn man in dem Spandex-Fadengut der Beispiele den Polyäther durch einen Polyester oder N-alkyliertes Polyurethan ersetzt. Im wesentlichen entsprechende Ergebnisse erhält man auch, wenn die Bis-ureylen- oder Harnstoff-Segmente des Spandex-Materials der Beispiele durch ein Urethan- oder Amid-Segment ersetzt werden.

Wie in einigen Beispielen erläutert, zeigen Polyamylsiloxan und Polydimethylsiloxan enthaltende Präparationen bei Anwendung in extrem geringen Konzentrationen auf dem Fadengut ein gutes Verhalten. Eine absolute Mindestmenge für alle Verwendungszwecke des Spandexfadengutes lässt sich zwar nicht angeben, aber im allgemeinen benötigt man zur Schmälzung des Fadengutes mindestens etwa 1 % Präparation. Vorzugsweise wird die Präparation auf einem elastischen Fadengut gemäss der Erfindung in einer Menge im Bereich von etwa 2 bis 4 %, bezogen auf das Gewicht des Fadengutes, eingesetzt.

In den folgenden Beispielen wird weiter vor der Aufbringung der Polyamylsiloxan-Polydimethylsiloxan-Präparation ein Multifil groben Titers durch Zusammenwachsen von vielen kleineren Fäden gebildet. Man kann andererseits auch ein einziges Monofil auspressen und behandeln oder feintitrige Einzelfäden, z. B. von 6 den oder darunter, zuerst mit der Präparation behandeln und dann zu einem Endlopfadenkabel sammeln, das auf

BAD ORIGINAL

808813/1168

L-84/R

Stapel geschnitten werden kann. Die elastische Stapelfaser kann dann, wie in USA-Patentschrift 3 007 227 beschrieben, mit unelastischer Stapelfaser unter Bildung von Mischungen vermenzt werden, die sich zur Bildung elastischer Garne eignen. Die Stapelmischungen können auch erhalten werden, indem man das geschmälzte Endlosfadenkabel in entsprechender Weise mit einem Kabel aus unelastischen Endlosfäden vermenzt und dann die Kabelmischung auf Stapel schneidet (gemäss USA-Patentschrift 3 077 006).

Beispiel 1

Polytetramethylenätherglykol (Molekulargewicht etwa 2000) und p,p'-Methyldiphenyldiisocyanat werden im Molverhältnis von 2 Mol Diisocyanat je Mol Polyätherglykol innig gemischt und 90 bis 150 Min. bei etwa 96° C unter Bildung eines Isocyanat-Endgruppen aufweisenden Polyäthers umgesetzt. Man führt den unter 45° C abgekühlten, Isocyanat-Endgruppen aufweisenden Polyäther mit einer Geschwindigkeit von 17,5 Teilen/Std. in einen Mischer und gibt einen Strom N,N-Dimethylacetamid mit 27,6 Teilen/Std. zu. Das Gemisch (Feststoffgehalt 39 %) wird kontinuierlich in eine Rohrleitung ausgetragen und einem zweiten Mischer zugeführt, in dem man es innig mit einem Dimethylacetamidstrom, enthaltend 9,1 % m-Xylylendiamin und 0,6 % Diäthylamin, der mit einer Gesamtgeschwindigkeit von 10,3 Teilen/Std. zugeführt wird, vermischt, wobei die Verweilzeit

L-84/R

3 bis 4 Min. beträgt und die Temperatur von etwa 40 auf 90° C steigt. Die austretende Polymerisatlösung enthält ungefähr 33,7 % Feststoffe und hat eine Viscosität von 1450 P bei 40° C. Das Polymerisat hat eine innere Viscosität (Inherent Viscosity) von 1,27, bestimmt bei 25° C in Hexamethylphosphorsäure bei einer Konzentration von 0,5 g/100 ml Lösung. Die Polymerisatlösung wird nun mit einer Aufschlämmung von Titan-dioxid in Dimethylacetamid, einer Lösung von Poly-(N,N-diäthyl-6-methoxycarboxyethyl-methacrylat) in Dimethylacetamid und einer Lösung von 4,4'-Butyliden-bis-(6-tert.-butyl-m-kresol) in Dimethylacetamid in solchen Anteilen versetzt, dass das Fertiggemisch 5, 5 bzw. 1 % jedes Zusatzstoffes, bezogen auf die Elastomerfeststoffe, enthält.

Das vorstehende Gemisch wird auf eine Temperatur von 70° C erhitzt und in herkömmlicher Weise in einen Trockenspinn-schacht versponnen, wobei die Einzelfäden in dem Schacht in Berührung gebracht werden und sich unter Ausbildung eines verachsenen (koaleszierten) Multifils von etwa 420 den (46 tex) ineinanderhängen. Beim Austritt aus dem Schacht wird das verachsenete Multifil mit einer Präparation der folgenden Zusammensetzung behandelt:

Polyamylsiloxan (Viscosität 10 000 cSt)	10 %
Polydimethylsiloxan (Viscosität 20 cSt)	90 %

L-84/R

Diese Präparation wird in Konzentrationen von etwa 1,5 bzw. 3,8 %, bezogen auf das Spandex-Gewicht, auf die Spandexfäden aufgebracht. Der so behandelte Spandex-Faden zeigt beim Abwickeln von einer Spule im wesentlichen keine Neigung, an benachbarten Fäden zu kleben, und lässt sich bei sehr geringer Spannung abwickeln. Wie ein Vergleichsversuch zeigt, werden Präparationen auf Mineralöl-Grundlage (z. B. mit einem Gehalt von 5 % an dispergiertem Magnesiumstearat gemäss USA-Patentschrift 3 039 895) des Standes der Technik zur Erzielung einer gleich niedrigen Spannung beim Abwickeln der Fäden von einer gewickelten Packung in einer Menge von etwa 12 bis 15 Gew.% benötigt. Bei Präparationskonzentrationen von nur 1 bis 4 % können diese bekannten Präparationen Brüche beim Abwickeln des Spandexfadengutes nicht verhindern.

Die plastifizierende Wirkung des Polyamylsiloxans ist aus den folgenden Werten ersichtlich. Auf einer Rib-Wirkmaschine der Bauart Scott & Williams DRG wird unter Verwendung von zwei der obenbeschriebenen Spandexfäden und vier 100-den-Bausch-nylonfäden ein typisches Gürtelmaterial rundgewirkt, wobei Proben mit in verschiedener Weise präpariertem Spandex (vergl. die Tabelle) erzeugt werden. Die Zahl der Brüche während des Wirkens vergleichbarer Gewirkmengen sind in der folgenden Tabelle genannt.

L-84/R

Präparation	Präparation auf dem Fadengut, %	Zahl der Brüche
10 % Polyamylsiloxan + 90 % Polydimethyl- siloxan	1,5	0
- " -	3,8	0
100 % Polydimethyl- siloxan	3,4	4

Der Vorteil des Polyamylsiloxans, ein schmiegsameres Fadengut zu ergeben, wird an einem Vergleich mit der diesen Bestandteil nicht enthaltenden Präparation erkennbar, bei der sich eine verhältnismässig hohe Zahl an Brüchen beim Eintritt des Fadens in die Wirknadeln ergibt. Zur Erzielung eines Wirkverhaltens, das dem mit den Präparationen gemäss der Erfindung erhaltenen äquivalent ist, wird eine magnesiumstearathaltige Präparation auf Mineralöl-Grundlage in einer Menge von etwa 12 % benötigt.

Beispiel 2

Auf verwachsene Spandex-Multifile von 420 den (45 tex), die gemäss Beispiel 1 hergestellt worden sind, werden Präparationen der folgenden Zusammensetzungen in den folgenden Mengen aufgebracht:

L-84/R

Präparation	Präparation auf dem Fadengut, %	Abzugsspannung, g	Reibungskraft, g
keine	0	Für eine Messung zu hoch.	
10 % Polyamylsiloxan + 90 % Polydimethylsiloxan	1,3	1,2	10,5
- " -	3,9	0,8	9,5
100 % Polydimethylsiloxan	3,2	1,9	14
95 % Mineralöl (Nr. 50) + 5 % Magnesiumstearat (dispergiert gemäss USA-Patentschrift 3 039 895)	15,3	1,0	15,5

Unter der Abzugsspannung in der vorstehenden Tabelle ist die Spannung zu verstehen, die man zum Abziehen des Fadengutes überkopf von der Packung mit 82,3 m/Min. benötigt. Die in der Tabelle genannte Reibungskraft ist gleich der Kraft, die man zur Überwindung der Reibung zwischen Führung und laufendem Faden benötigt und wird mittels eines Doppelspannungs-Reibungsmessgerätes bei 91,4 m/Min. unter Eingangsbelastung mit 10 g an einem Cr_2O_3 -Stab mit matter Oberfläche bei einem Umschlingungswinkel von 70° bestimmt. Wie die Tabellenwerte zeigen, ergibt eine Polyamylsiloxan enthaltende Präparation die gleichen oder bessere Lauf- und Abzugsspannungen bei geringeren Präparationskonzentrationen als die Präparationen des Standes der Technik.

L-34/R

Beispiele 1-3

Auf ein verwachsenes Multifil von 420 den (46 tex), das gemäss Beispiel 1 hergestellt worden ist, werden Präparationen in Form von verschiedenen Mengen an Polyamylsiloxan in Polydimethylsiloxan mit einer Auftragewalze aufgebracht. Man bestimmt die statische Aufladung der Fadenproben. Ergebnisse:

Polyamylsiloxan in der Präpara- tion, %	Präparation auf dem Faden- gut, %	Polyamylsiloxan auf dem Faden- gut, %	Statische Ladung, V
0	3,3	0	-1000
1,0	2,2	0,02	-100
7,5	2,7	0,20	-750
10,0	3,2	0,32	-400
0	8,8	0	-800
0,75	6,2	0,05	-600
10,0	7,1	0,71	+200

Die in der Tabelle genannte statische Aufladung wird bei einer Fadengeschwindigkeit von 91,4 m/Min. bestimmt (wobei diese Geschwindigkeit eine schärfere antistatische Prüfung als eine Fadengeschwindigkeit von 18,3 m/Min. bedeutet).

Die Tabellenwerte zeigen, dass sehr geringe Mengen an Polyamylsiloxan auf dem Fadengut, wie 0,2 %, schon eine wesentliche Senkung der statischen Aufladung des mit der Polydimethylsiloxan-Präparation versehenen Fadengutes ergeben und dass etwa 0,7 % ausreichen, um einen Übergang aus dem negativen in den positiven Bereich zu erhalten.

BAD ORIGINAL

L-84/R

Beispiel 4

Auf ein verwachsenes Multifil von 420 den (46 tex), das gemäss Beispiel 1 hergestellt worden ist, werden Präparationen in Form verschiedener Mengen an Polyamylsiloxan mit einer Viskosität von 16 130 cSt bei 25° C in Polydimethylsiloxan mit einer Viskosität von 10 cSt bei 25° mit einer Auftragewalze aufgebracht. Man bestimmt die statische Aufladung der Fadenprobe. Ergebnisse:

Polyamylsiloxan in der Präpara- tion, %	Präparation auf dem Faden- gut, %	Polyamylsiloxan auf dem Faden- gut, %	Statische Ladung, V
0	0	0	>10 000
0	1,1	0	-2 000
2,5	1,1	0,028	-1 000
7,5	1,2	0,09	-400
10,0	1,3	0,13	-200

Wie diese Werte zeigen, vermögen schon sehr geringe Mengen an Polyamylsiloxan, wie etwa 0,025 %, auf dem Fadengut die statische Aufladung des Fadengutes auf einen annehmbaren Wert herabzusetzen.

Beispiel 5

Es werden Präparationen mit unterschiedlichem Gehalt an dem Polyamylsiloxan und Polydimethylsiloxan von Beispiel 4 mittels einer Auftragewalze auf verwachsene Multifile von 420 den

L-84/R

(46 tex) aufgebracht, die mit der Abänderung wie in Beispiel 1 hergestellt worden sind, dass anstelle des p,p'-Methylen-di-phenyl-diisocyanates hier eine äquivalente Menge an 4,4'-Methylen-dicyclohexyl-diisocyanat, das zu 50 Mol% von dem trans,trans-Isomeren gebildet wird, und anstelle des m-Xylylen-diamins hier eine äquivalente Menge an 4,4'-Methylen-di-(cyclohexylamin), das zu 15 Mol% von dem trans,trans-Isomeren gebildet wird, verwendet werden, wobei das Fadengut von allen drei auf die Elastomerfeststoffe bezogenen Zusatzstoffen gemäss Beispiel 1 frei ist. Man bestimmt die statische Aufladung der Fadenproben. Ergebnisse:

<u>Polyamylsiloxan</u> <u>in der Präpara-</u> <u>tion, %</u>	<u>Präparation</u> <u>auf dem Faden-</u> <u>gut, %</u>	<u>Polyamylsiloxan</u> <u>auf dem Faden-</u> <u>gut, %</u>	<u>Statische</u> <u>Ladung, V</u>
0	7,0	0	-1 100
2,5	7,0	0,175	-60

Beispiel 6

Auf verwachsenes Multifil von 420 den (46 tex), erhalten wie in Beispiel 1, werden Präparationen der folgenden Zusammensetzungen in den folgenden Mengen aufgebracht. Man überlässt Fadenstränge 77 Tage der Einwirkung der Umgebungsatmosphäre und bestimmt den sogenannten b-Wert.

L-84/R

Präparation	Präparation auf dem Fadengut, %	b-Wert	
		in der erhaltenen Form	nach 77 Tagen
keine	0	0,7	3,8
95 % Mineralöl (Nr. 50) + 5 % Magnesiumstearat (dispergiert gemäss USA-Patentschrift 3 039 895)	15,3	0,6	6,7
10 % Polyamylsiloxan + 90 % Polydimethyl- siloxan	3,9	0,9	4,0

Die b-Werte beziehen sich auf den Gelbgrad einer Fadenprobe, wobei in dem Unterschied der b-Werte die Verfärbung zum Ausdruck kommt, die sich während der Einwirkung der Umgebungsluft auf die Proben ergibt. Die Bestimmung der b-Werte erfolgt an Hand von colorimetrischen Werten, die man bei der Untersuchung von Endlosfadenproben erhält, bei der die Fäden in Form eines Quadrates von 7,6 cm Seitenlänge angeordnet sind. Dabei werden die Reflexionsverhältnisse der Proben durch Messung mit einem Reflexionsmesser der Bauart "Hunter Reflectometer" bestimmt und die b-Werte in der näher in der USA-Patentschrift 3 095 322 beschriebenen Weise errechnet.

Die das Polyamylsiloxan enthaltende Präparation ist, wie die Tabellenwerte zeigen, der mineralöhlhaltigen Präparation überlegen und trägt nicht merklich zu dem Vergilben des Spandexfadengutes bei.

L-84/R

Der Erläuterung der Erfindung dient das Modell, das von einer Probe eines Fadens gebildet wird, der Beispiel 4, Tabelle, vorletzte Zeile, entspricht, d. h. ein 420-den-Multifil darstellt, das auf dem Faden 1,2 % Präparation aufweist (mit 7,5 % Polyamylsiloxan, bezogen auf die Präparation, bzw. 0,09 %, bezogen auf den Faden).

BAD ORIGINAL

3. Mai 1968

E.I. du Pont de Nemours
and Company

L-84/R

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Kunstfaden aus einem synthetischen, segmentierten, elastomeren Mischpolymerisat, der mit einer organischen Siliciumverbindung als Schmälz- und Gleitmittel versehen ist, dadurch gekennzeichnet, dass das Schmälz- und Gleitmittel ein Gemisch aus einem kleineren Anteil eines Polyamylsiloxans mit einer Viscosität von etwa 8000 bis 20 000 cSt, bestimmt bei 25° C, und einem grösseren Anteil eines Polydimethylsiloxans mit einer Viscosität von etwa 5 bis 100 cSt, bestimmt bei 25° C, enthält, und dass das Polyamylsiloxan in einer Menge von mindestens 0,025 % des Fadengewichtes vorliegt.
2. Faden nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Schmälz- und Gleitmittel zu 2,5 bis 10 % aus Polyamylsiloxan und zum Rest aus Polydimethylsiloxan besteht.
3. Faden nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Schmälz- und Gleitmittel in einer Menge von etwa 2 bis 4 % des Fadengewichtes vorliegt.

- 1 -

BAD ORIGINAL

809813/1169

Neue Unterlagen (Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 Satz 3 des Änderungsges. v. 4. 9. 1958)

4. Faden nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Faden ein Spand x-Faden ist.
5. Faden nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Schmelz- und Gleitmittel zu 10 % aus Polyamylsiloxan und zu 90 % aus Polydimethylsiloxan besteht.
6. Verfahren zur Herstellung von Fäden gemäss Anspruch 1 bis 5 durch Verspinnen des Mischpolymerisates, dadurch gekennzeichnet, dass man dem Fadengut ein Schmelz- und Gleitmittel zuführt, das einen kleineren Anteil eines Polyamylsiloxans mit einer Viscosität von etwa 8000 bis 20 000 cSt, bestimmt bei 25° C, und einen grösseren Anteil eines Polydimethylsiloxans mit einer Viscosität von etwa 5 bis 100 cSt, bestimmt bei 25° C, enthält.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass man das Schmelz- und Gleitmittel der Oberfläche der ersponnenen Fäden vor dem Aufwickeln zuführt.
8. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass man das Schmelz- und Gleitmittel dem Mischpolymerisat vor dem Verspinnen zusetzt.